

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant(s): Kawazoe, M., et al.
Appl. No.: Unknown
Conf. No.: Unknown
Filed: April 16, 2004
Title: ELECTRODE MATERIAL AND METHOD FOR MANUFACTURE THEREOF
Art Unit: Unknown
Examiner: Unknown
Docket No.: 114929-005

Mail Stop Patent Application
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

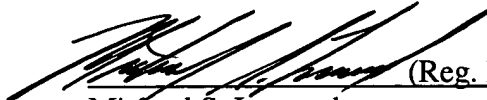
SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT

Sir:

Please enter of record in the file of the above application, the attached certified copy of Japanese Patent Application No. 2003-149420 filed on May 27, 2003. Applicants claim priority of May 27, 2003, the earliest filing date of the attached Japanese application under the provisions of Rule 55 and 35 U.S.C. §119, and referred to in the Declaration of this application.

Although Applicants believe no fees are due with this submission, the Commissioner is authorized to charge any fees which may be required, or to credit any overpayment to account No. 02-1818.

Respectfully submitted,

 (Reg. No. 37,557)

Michael S. Leonard
Bell, Boyd & Lloyd
P.O. Box 1135
Chicago, Illinois 60609-1135
(312) 807-4270
Attorney for Applicants

Dated: April 16, 2004

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 5 月 2 7 日
Date of Application:

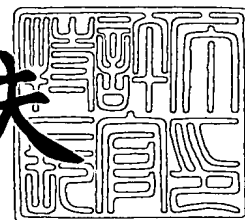
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 1 4 9 4 2 0
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 3 - 1 4 9 4 2 0]

出 願 人 Y K K 株 式 会 社
Applicant(s):

2 0 0 4 年 2 月 2 3 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 H0222800

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B23K 35/22
C22C 9/00
B21C 23/00

【発明の名称】 電極材料及びその製造方法

【請求項の数】 6

【発明者】

【住所又は居所】 宮城県仙台市宮城野区柊江 9 - 2 7

【氏名】 川添 正孝

【発明者】

【住所又は居所】 宮城県黒川郡富谷町富ヶ丘 1 丁目 1 5 - 2 2

【氏名】 長谷川 英之

【発明者】

【住所又は居所】 富山県滑川市有金 5 5 - 1 8

【氏名】 竹谷 桂之

【発明者】

【住所又は居所】 宮城県黒川郡富谷町富ヶ丘 1 丁目 1 5 - 2 2

【氏名】 佐々木 浩之

【特許出願人】

【識別番号】 000006828

【氏名又は名称】 ワイケイケイ株式会社

【代理人】

【識別番号】 100116713

【弁理士】

【氏名又は名称】 酒井 正己

【選任した代理人】

【識別番号】 100094709

【弁理士】

【氏名又は名称】 加々美 紀雄

【選任した代理人】

【識別番号】 100117145

【弁理士】

【氏名又は名称】 小松 純

【選任した代理人】

【識別番号】 100078994

【弁理士】

【氏名又は名称】 小松 秀岳

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 165251

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0114746

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電極材料及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一般式： $Cu_{bal}.X_a$ （但し、 X は Cr 、 Zr 、 Fe 、 P 、 Ag から選ばれる少なくとも 1 種の元素であり、 a は質量%で 1.5%以下であり、残部が不可避免の不純物を含む Cu である）で示される組成からなり、その組織構造が、平均粒径が $3\mu m$ 以下の亜結晶粒から構成される短軸長さが $10\mu m$ 以下の繊維状結晶粒からなる組織中に平均粒子径 $50nm$ 以下の微細粒子が析出してなる組織構造を有することを特徴とする電極材料。

【請求項 2】 上記微細粒子の析出分散状態が、平均粒子間距離で $200nm$ 以下であることを特徴とする請求項 1 記載の電極材料。

【請求項 3】 上記微細粒子が、 Cr 、 Cu_3Zr 、 Cu_9Zr_2 、 Fe 、 Cu_3P 、 Ag から選ばれる少なくとも 1 種であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の電極材料。

【請求項 4】 一般式： $Cu_{bal}.X_a$ （但し、 X は Cr 、 Zr 、 Fe 、 P 、 Ag から選ばれる少なくとも 1 種の元素であり、 a は質量%で 1.5%以下であり、残部が不可避免の不純物を含む Cu である）で示される Cu 系合金素材を、温度 $300\sim 600^{\circ}C$ 、押出比 4 以上で押出しを行うことを特徴とする電極材料の製造方法。

【請求項 5】 前記押出しを行うにあたって、事前に合金素材に温度 $350\sim 700^{\circ}C$ で熱処理を施すことを特徴とする請求項 4 記載の電極材料の製造方法。

【請求項 6】 前記押出し後、温度 $350\sim 700^{\circ}C$ で熱処理を施すことを特徴とする請求項 4 または 5 に記載の電極材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、アルミニウム、マグネシウム、鉄及びこれらの合金、さらにはその金属めっき材等からなる被溶接材料を溶接する際に用いる電極材料及びその製造

方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来、この種の電極材料としてはクロム銅（Cu-Cr）、アルミナ分散銅（Al₂O₃分散銅）からなる電極材料が用いられている。

【0003】

例えば特許文献1には、Cr-Cu合金からなる溶接用電極材料は約1000℃の高温で製造されるため合金中の結晶粒が粗大化して耐摩耗性、耐熱性が低くなるという欠点があるが、このCr-Cu合金にホウ素を0.01～0.2重量%添加することにより合金の結晶粒を微細化して耐熱性、高温硬度を向上させることが記載されている。

【0004】

特許文献2には、溶接用電極材料の合金組成をCr 0.4～1.0重量%、Sn 0.05～0.2重量%、残部を不可避不純物を含む銅からなるものとすることにより、電極先端部の変形損耗を減少させて寿命を向上させることが記載されている。

【0005】

特許文献3には、溶接用電極材料の組成を、Zr 0.05～1重量%、Cr 3～20重量%、残部Cuからなる合金組成とすることにより、導電率が高めると共に耐摩耗性を向上させて、スポット溶接の打点数を増大させることが記載されている。

【0006】

しかしながら、クロム銅からなる電極材料は、Crの固溶量が多いため導電率及び熱伝導率が低く、さらに結晶粒径が数十μmと大きいため、繰り返し疲労強度が低いといった問題がある。電極材料として用いた場合には、少ない打点回数で電極先端径が拡大し溶接電流密度が低下するため連続打点性が低く、さらに、導電率及び熱伝導率が低いため、被溶接材料と合金化しやすく溶着打点数が低いといった問題を有する。

【0007】

一方、アルミナ分散銅からなる電極材料は、高温での降伏応力が低く、少ない打点回数で電極先端径が拡大し、溶接電流密度が低下するため、連続打点性が低く、さらに、導電率及び熱伝導率が低いため、被溶接材料と合金化しやすく溶着打点数が低いといった問題を有する。

【0 0 0 8】

また、近年 $\text{Cu} - 0.44\% \text{Cr} - 0.2\% \text{Zr}$ からなる合金素材に側方押出（E C A P : equal-channel angular pressing）を施し、結晶粒径を微細化させ、機械的強度、耐熱性、導電率の高い電極材料を提供することが提案されている（非特許文献 1 参照）。

上記非特許文献 1 に記載の合金は、機械的強度、耐熱性に優れているものの、導電率は $75 \sim 80\% \text{ IACS}$ と低く、被溶接材料と合金化しやすく溶着打点数が低いといった改善の余地を残している。また、結晶粒を微細化させる場合、粒界滑り等により高温での降伏応力が粗大粒材より低下するため、電極先端径が拡大しやすくなり、連続打点性が低下するといった問題を有している。

【0 0 0 9】

【特許文献 1】

特公昭 5 6 - 3 1 1 9 6 号公報

【特許文献 2】

特開昭 6 2 - 3 8 8 5 号公報

【特許文献 3】

特開平 6 - 7 3 4 7 3 号公報

【非特許文献 1】

Acta Materialia 50 (2002) 1639-1651 “Structure and properties of ultra-fine grain Cu-Cr-Zr alloy produced by equal-channel angular pressing”

【0 0 1 0】

【発明が解決しようとする課題】

そこで、本発明は上述の問題を解消すべくなされたものであり、結晶粒を繊維状、かつ下部組織を微細な亜結晶粒にし、拡散速度が遅い原子を含む粒子を微細

析出させることにより機械的特性、耐熱性、高温降伏応力及び電極材料としての連続打点性（電極寿命）を向上させるとともに、微細析出物を析出促進させることにより導電率を向上させ、電極材料として被溶接材料と合金化を抑制し溶着打点数（耐溶着性）の向上をはかることができる電極材料及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明は、上記の課題を解決するものであり、その構成は以下に記載する通りである。

(1) 一般式： $Cu_{bal}.X_a$ （但し、XはCr、Zr、Fe、P、Agから選ばれる少なくとも1種の元素であり、aは質量%で1.5%以下であり、残部が不可避的不純物を含むCuである）で示される組成からなり、その組織構造が、平均粒径が $3\mu m$ 以下の亜結晶粒から構成される短軸長さが $10\mu m$ 以下の繊維状結晶粒からなる組織中に平均粒子径 $50nm$ 以下の微細粒子が析出してなる組織構造を有することを特徴とする電極材料。

(2) 上記微細粒子の析出分散状態が、平均粒子間距離で $200nm$ 以下であることを特徴とする上記(1)記載の電極材料。

(3) 上記微細粒子が、Cr、 Cu_3Zr 、 Cu_9Zr_2 、Fe、 Cu_3P 、Agから選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする上記(1)又は(2)記載の電極材料。

(4) 一般式： $Cu_{bal}.X_a$ （但し、XはCr、Zr、Fe、P、Agから選ばれる少なくとも1種の元素であり、aは質量%で1.5%以下であり、残部が不可避的不純物を含むCuである）で示されるCu系合金素材を、温度 $300\sim 600^{\circ}C$ 、押出比4以上で押出しを行うことを特徴とする電極材料の製造方法。

(5) 前記押出しを行うにあたって、事前に合金素材に温度 $350\sim 700^{\circ}C$ で熱処理を施すことを特徴とする上記(4)記載の電極材料の製造方法。

(6) 前記押出し後、温度 $350\sim 700^{\circ}C$ で熱処理を施すことを特徴とする上記(4)または(5)に記載の電極材料の製造方法。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明において、合金素材の結晶粒を繊維状（具体的には、アスペクト比 1.5 以上の等軸状でない）、かつ下部組織を微細な亜結晶粒にし、微細粒子を析出させるための具体的手段としては、温度 3 0 0 ~ 6 0 0 ℃、押出比 4 以上で行う直接押出或いは間接押出からなる押出法が有効である。前記押出法は、合金素材の断面積を大きく変化させ、その断面積の変化にともない、その条件を適切に設定することによって合金素材に剪断変形及び塑性変形（歪）を与えることが可能である。これによって、繊維状結晶粒の短軸長さを 1 0 μ m 以下、かつ下部組織の平均亜結晶粒径を 3 μ m 以下、更に平均粒子径 5 0 n m 以下の微細粒子の析出を促進することができ、高温での高降伏応力、耐熱性、高導電率を材料に付与できるものである。

【0 0 1 3】

本発明における押出法に用いる押出成形装置を、図 1 に示す直接押出成形装置に基づいて説明すると、長手方向に連通する供給部 1 が形成されたコンテナ 2 と供給部 1 の一端側に配され、成形される押出成形材 M の断面形状の開口が形成されたダイ 3 と供給部 1 の他端側に配され、前記ダイ 3 に向かって供給部 1 内を摺動する一方側にダミーブロック 4 を備えたステム 5 とからなる。

【0 0 1 4】

なお、図示されていないが、押出成形装置には、コンテナ 2 内の温度をコントロールするための加熱・冷却手段及び温度検知手段並びに温度制御手段等が設けられている。

押出成形は、供給部 1 内に押出材料 S を配し、他端側のステム 5 をダイ 3 に向けて摺動させ、押出材料 S をダイ 3 に向けて押圧することによってダイ 3 に形成されている開口に合った断面形状の押出成形材 M を作製する。この場合、ダイ 3 により押出材料 S の断面積を減少させることによって、材料には歪が与えられ、押出成形材は結晶粒が繊維状化、かつ下部組織の亜結晶粒が微細化、更に微細粒子が歪み誘起により析出促進され、優れた機械的特性の向上が行える。

【0 0 1 5】

この方法を合金素材に適用することにより、非常に単純な工程で、繊維状結晶

粒の短軸長さを $10\ \mu\text{m}$ 以下、かつ下部組織の平均亜結晶粒径を $3\ \mu\text{m}$ 以下とし、更に析出物の平均粒子径が $50\ \text{nm}$ 以下に微細化され、高温降伏応力、耐熱性、靱性、導電率を大きく改善できる。また、そのプロセスは、鑄造組織、合金成分のマクロ、ミクロ的な偏析の破壊、均質化にも効果を持っている。

【0016】

本発明において、上記押出法による押出は温度 $300\sim600^\circ\text{C}$ 、押出比 4 以上で行うことが重要である。その理由は、前記温度が 300°C 未満の場合、機械的強度は向上するものの、微細析出物の析出促進が充分に行えず導電率を向上させることができなくなるためであり、また前記温度が 600°C を超える場合、結晶粒の繊維状化、かつ下部組織の亜結晶粒の微細化、更に析出粒子の微細化が行えず、機械的強度等の向上が行えず、さらに析出していた分散粒子の再固溶が起こり、導電率を向上させることができなくなるためである。さらに、押出比 4 未満の場合、合金素材の結晶粒の繊維状化、かつ下部組織の亜結晶粒の微細化、更に微細粒子の析出促進が充分に行えず、機械的強度、導電率の向上が期待できないためである。

【0017】

さらに、本発明において、上記押出法を施すにあたって、事前に温度 $350\sim700^\circ\text{C}$ の範囲内で熱処理（以下、事前熱処理ともいう）を施すことが好ましい。この事前熱処理を施すことにより、微細析出物が分散し、押出過程で導入された転位等のピンニングに寄与して結晶粒の繊維状化、かつ下部組織の亜結晶粒を微細化させることができる。前記温度が 350°C 未満の場合、析出が起こらず、また前記温度が 700°C を超える場合、結晶粒径及び析出物が粗大化しすぎて、上記押出法を施しても適切な繊維状結晶粒の短軸長さ、かつ下部組織の亜結晶粒径或いは析出物の大きさにコントロールすることができなくなる。事前熱処理時間については、少なくとも 30 分以上であれば上記効果が期待できる。なお、上限については特に制限はないが、経済性等を考慮した場合、100 時間以内であることが望ましい。

【0018】

また、本発明においては、上記押出法を施した後、温度 $350\sim700^\circ\text{C}$ の範

囲内で熱処理（以下、事後熱処理ともいう）を施すことが好ましく、この事後熱処理を施すことにより、析出物を均一微細に析出分散させることができるため、電極材料として導電率を向上させることができる。前記温度が350℃未満の場合、前記析出物の析出量が不足し、導電率の向上に繋がらない。また前記温度が700℃を超える場合、析出していた分散粒子の再固溶が起きて導電率の低下を招きやすくなる。熱処理時間については、少なくとも10分以上であれば上記効果が期待できる。なお、上限については特に制限はないが、経済性等を考慮した場合、50時間以内であることが望ましい。

【0019】

本発明においては、前記事前熱処理及び前記事後熱処理を併用することが、繊維状結晶粒の短軸長さ、平均亜結晶粒径及び微細析出物を適切な大きさにコントロールし、また、微細析出物を均一微細分散させ、その析出量をコントロールする上で、特に好ましい。

【0020】

本発明が適用されるCu系合金素材としては、一般式： $Cu_{bal}.X_a$ （但し、XはCr、Zr、Fe、P、Agから選ばれる少なくとも1種の元素であり、aは質量%で1.5%以下であり、残部が不可避免の不純物を含むCuである）で示される組成からなる合金が好ましい。X元素は、Cr、Zr、Fe、P、Agから選ばれる少なくとも1種の元素であり、これらの元素は1.5質量%以下の添加で本発明の目的である耐熱性および高温降伏応力の向上に寄与する微細な析出物を析出することができる。なお、下限については特に規定していないが微細析出物を析出させる観点から0.01質量%以上とすることが望ましい。

【0021】

さらに、その具体的組成としては、Cu-(~1.5%)Cr、Cu-(~0.2%)Zr、Cu-(~1.3%)Cr-(~0.2%)Zr、Cu-(~1.0%)Fe-(~0.2%)P、Cu-(~0.5%)Ag等の合金が特に好ましい。

【0022】

また、本発明に有効な電極材料の組織構造は、アスペクト比1.5以上の等軸

状でない繊維状結晶粒の短軸長さを $10\ \mu\text{m}$ 以下、かつ下部組織の平均亜結晶粒径を $3\ \mu\text{m}$ 以下、微細析出物の大きさ（分散粒子径）が $50\ \text{nm}$ 以下である。このような組織構造とすることにより 500 、 600°C での高温降伏応力を $200\ \text{MPa}$ 以上、導電率（IACS）を 90% 以上とすることができ、さらには、繊維状結晶粒の短軸長さを $10\ \mu\text{m}$ 以下、かつ下部組織の平均亜結晶粒径を $1\ \mu\text{m}$ 以下、微細析出物の大きさ（分散粒子径）が $25\ \text{nm}$ 以下の組織構造とすることにより 500 、 600°C での高温降伏応力を $250\ \text{MPa}$ 以上、導電率（IACS）を 90% 以上とすることができる。

【0023】

また、耐熱性の向上に寄与する微細析出物の分散状態は、平均粒子間距離で $200\ \text{nm}$ 以下である。好ましくは、 $100\ \text{nm}$ 以下である。直径 $50\ \text{nm}$ 以下の粒子が、上記間隔で分散することで、 600°C 数時間保持後の硬度低下を抑制することが可能になる。なお、本発明において、析出する微細析出物の具体的な例としては、Cr、 Cu_3Zr 及び Cu_9Zr_2 などの Cu-Zr 系、Fe、 Cu_3P 、Ag 等がある。

【0024】

【実施例】

以下、実施例並びに比較例に基づき本発明を具体的に説明するが、本発明が以下の実施例に限定されるものでないことはもとよりである。

【0025】

〔実施例 1〕

高周波溶解炉で電気銅、各地金をアルゴン雰囲気中にて溶解し、黒鉛鑄型に鑄造して、直径 $40\ \text{mm}$ 、長さ $300\ \text{mm}$ の鑄塊を得た。得られた鑄塊の組成を表 1 に示す。この鑄塊を 1000°C で 2 時間溶体化処理し、表 2 に示す熱処理（事前熱処理）を行った。事前熱処理後、各材料を図 1 に示す押出成形装置のコンテナに挿入し、表 3 に示す条件で直接押出を行った。直接押出処理後、各材料に対して表 4 に示す条件で熱処理（事後熱処理）を行い最終処理材を得た。

【0026】

【表 1】

表 1. 電極材料の組成

	Cu	Cr(wt.%)	Zr(wt.%)
A	残	0.84	0.03
B	残	1.0	0.20
C	残	0.6	0.05

【 0 0 2 7 】

【表 2】

表 2. 熱処理条件

	熱処理温度 × 時間
①	600°C × 1h
②	500°C × 8h
③	375°C × 200h

【 0 0 2 8 】

【表 3】

表 3. 押出条件

	押出温度(°C)	押出比
I	500	7
II	450	7
III	375	7

【 0 0 2 9 】

【表 4】

表4. 最終熱処理条件

	熱処理温度 × 時間
①	500°C × 1h
②	450°C × 8h
③	375°C × 48h

【0030】

最終処理材の組織写真を図2に示す。直接押出前の結晶粒径は50～100 μ mであったが、最終処理材の繊維状結晶粒はアスペクト比1.5以上であって等軸状ではなく、繊維状結晶粒の短軸長さは10 μ m以下、かつ下部組織の平均亜結晶粒径は3 μ m以下、微細析出物の大きさ（分散粒子径）が50 nm以下まで微細化されていた。また、粒子間距離も200 nm以下であり、微細析出物は組織中に均一微細に分散している。

【0031】

最終処理材の600°Cでの降伏応力と室温での導電率（% IACS）の測定結果を表5-1～表5-5に示す。本発明材を従来の材料（比較材）と比較すると600°Cでの降伏応力は200 MPa以上、導電率（% IACS）は90%以上まで増加していることがわかる。

なお、600°Cでの降伏応力は直径6 mm、高さ9 mmのサンプルを圧縮試験にて測定した結果である。また、導電率測定は上記最終処理材表面を鏡面研磨し、これをデジタル導電率計（オートシグマ3000）の測定プローブを試料表面に接触させてその数値を測定した結果である。

【0032】

<電極寿命評価>

電極寿命を評価するために、先端径 ϕ 6 mm（40 R）の電極に成形し、溶接母材として板厚1 mmのAl-Mg系合金板のショットダルフイニッシュ材を酸洗した後、市販の低粘度鋳物油を塗布したものを使用し、単相交流定置式スポット溶接機を使用して、電極を水冷しながらスポット溶接試験を行った。溶接電流

は 2 6 k A、通電時間は 4 サイクル、加圧力は 4 0 0 k g f とした。溶接条件は W E S 7 3 0 2 に準じ、径 5 m m のナゲットが得られる条件とし、連続溶接速度は 1 回 / 2 s とした。電極寿命は、溶接部を剥がしてナゲット径（長軸と短軸を足して 2 で割った値）が 5 m m を下回った打点回数で評価した。電極寿命は次の評価基準により評価した。

（電極寿命評価基準）

○：連続打点 1 0 0 0 回以上

×：連続打点 1 0 0 0 回未満

【 0 0 3 3 】

<耐溶着性評価>

耐溶着性は、次のような方法で評価した。電極寿命評価試験において、電極材と被溶接材料が張り付いた場合、電極材を引張試験機で引張って分離した時の荷重を測定し、その荷重が 1 0 k g f を超える時を「溶着」とした。また、溶着に至るまでの打点回数を溶着打点数とし、溶着打点数の平均値を「平均溶着打点数」と称し、溶着の発生頻度を示す指標とした。平均溶着打点数が大きいほど溶着しにくいことを意味する。耐溶着性は以下の評価基準により評価した。

（耐溶着性評価基準）

○：平均溶着打点数 5 0 0 回以上

△：平均溶着打点数 1 0 0 回～ 4 9 9 回

×：平均溶着打点数 1 0 0 回未満

【 0 0 3 4 】

<総合評価>

連続打点性（電極寿命）および耐溶着性について総合的に評価した結果を次のような基準で総合評価し、表 5 - 1 ～表 5 - 5 の最下欄に示した。

（総合評価基準）

◎：連続打点性および耐溶着性の評価がともに○

○：連続打点性および耐溶着性の評価が○もしくは△

×：連続打点性および耐溶着性の評価に×を含む

【 0 0 3 5 】

【表 5】 (表 5-1 ~ 表 5-3)

表 5-1. (アルミニウム板: その 1)

本発明材No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
合金	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
熱処理	①	①	①	①	①	①	①	①	①	②
押出条件	I	I	I	II	II	II	III	III	III	I
最終熱処理	①	②	③	①	②	③	①	②	③	①
降伏応力(MPa)600°C	213	214	236	225	233	242	213	211	233	226
%IACS	95	95	93	95	94	92	94	94	92	95
電極寿命	2068	2072	1950	2118	2044	1867	1960	1952	1830	2122
平均溶着打点数	1034	1036	650	1059	681	467	653	651	457	1061
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	○	○	○	○	△	○	○	△	○
総合評価	◎	◎	◎	◎	◎	○	◎	◎	○	◎

表 5-2. (アルミニウム板: その 2)

本発明材No.	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
合金	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
熱処理	②	②	②	②	②	②	②	②	③	③
押出条件	I	I	II	II	II	III	III	III	I	I
最終熱処理	②	③	①	②	③	①	②	③	①	②
降伏応力(MPa)600°C	222	229	217	231	242	229	243	251	221	231
%IACS	94	93	94	93	91	93	92	91	93	91
電極寿命	1998	1920	1977	1929	1760	1920	1872	1798	1887	1714
平均溶着打点数	666	640	659	643	440	640	468	449	629	428
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	○	○	○	△	○	△	△	○	△
総合評価	◎	◎	◎	◎	○	◎	○	○	◎	○

表 5-3. (アルミニウム板: その 3)

本発明材No.	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
合金	A	A	A	A	B	B	B	B	B	B
熱処理	③	③	③	③	①	①	①	①	①	①
押出条件	I	II	II	III	I	I	I	II	II	II
最終熱処理	③	①	②	①	①	②	③	①	②	③
降伏応力(MPa)600°C	240	210	236	248	251	243	275	256	271	275
%IACS	90	93	91	92	94	93	92	93	92	91
電極寿命	1644	1840	1735	1893	2141	1997	2008	2047	1992	1894
平均溶着打点数	329	613	434	473	714	666	502	682	498	474
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	△	○	△	△	○	○	○	○	△	△
総合評価	○	◎	○	○	◎	◎	◎	◎	○	○

【0036】

【表 6】 (表 5-4 ~ 表 5-6)

表 5-4. (アルミニウム板: その 4)

本発明材No.	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
合金	B	B	B	B	B	B	B	B	B	B
熱処理	①	①	①	②	②	②	②	②	②	②
押出条件	Ⅲ	Ⅲ	Ⅲ	I	I	I	Ⅱ	Ⅱ	Ⅱ	Ⅲ
最終熱処理	①	②	③	①	②	③	①	②	③	①
降伏応力(MPa)600°C	248	251	261	259	257	271	251	263	265	263
%IACS	93	92	92	93	93	90	94	93	93	94
電極寿命	2016	1915	1953	2059	2051	1766	2141	2074	2082	2188
平均溶着打点数	672	479	488	686	684	353	714	691	694	729
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	△	△	○	○	△	○	○	○	○
総合評価	◎	○	○	◎	◎	○	◎	◎	◎	◎

表 5-5. (アルミニウム板: その 5)

本発明材No.	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
合金	B	B	B	B	B	B	B	B	B	B
熱処理	②	②	③	③	③	③	③	③	③	③
押出条件	Ⅲ	Ⅲ	I	I	I	Ⅱ	Ⅱ	Ⅱ	Ⅲ	Ⅲ
最終熱処理	②	③	①	②	③	①	②	③	①	②
降伏応力(MPa)600°C	269	275	255	263	273	245	273	272	264	268
%IACS	94	91	93	92	91	93	91	90	92	90
電極寿命	2211	1894	2043	1961	1887	2005	1887	1769	1965	1754
平均溶着打点数	737	474	681	490	472	668	472	354	491	351
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	△	○	△	△	○	△	△	△	△
総合評価	◎	○	◎	○	○	◎	○	○	○	○

表 5-6. (アルミニウム板: その 6)

本発明材No.	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60
合金	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
熱処理	①	①	①	①	①	①	①	①	①	②
押出条件	I	I	I	Ⅱ	Ⅱ	Ⅱ	Ⅲ	Ⅲ	Ⅲ	I
最終熱処理	①	②	③	①	②	③	①	②	③	①
降伏応力(MPa)600°C	231	224	247	236	244	257	230	228	245	246
%IACS	95	93	92	94	93	92	94	92	91	94
電極寿命	2198	1939	1911	2101	2016	1950	2078	1838	1787	2140
平均溶着打点数	1099	646	478	700	672	488	693	459	447	713
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	○	△	○	○	△	○	△	△	○
総合評価	◎	◎	○	◎	◎	○	◎	○	○	◎

【0037】

【表 7】 (表 5-7~表 5-9)

表 5-7. (アルミニウム板: その 7)

本発明材No.	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70
合金	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
熱処理	②	②	②	②	②	②	②	②	③	③
押出条件	I	I	II	II	II	III	III	III	I	I
最終熱処理	②	③	①	②	③	①	②	③	①	②
降伏応力(MPa)600°C	240	250	229	243	251	246	252	263	239	244
%IACS	92	92	94	93	91	92	91	90	93	92
電極寿命	1884	1923	2074	2012	1810	1907	1814	1741	1997	1900
平均溶着打点数	471	481	691	671	453	477	454	348	666	475
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	△	△	○	○	△	△	△	△	○	△
総合評価	○	○	◎	◎	○	○	○	○	◎	○

表 5-8. (アルミニウム板: その 8)

本発明材No.	71	72	73	74
合金	C	C	C	C
熱処理	③	③	③	③
押出条件	I	II	II	III
最終熱処理	③	①	②	①
降伏応力(MPa)600°C	266	232	264	259
%IACS	91	93	90	91
電極寿命	1869	1970	1745	1842
平均溶着打点数	467	657	349	460
評価(寿命)	○	○	○	○
評価(溶着)	△	○	△	△
総合評価	○	◎	○	○

表 5-9. (アルミニウム板: その 9)

比較材No.	1	2
材料	Cu-1Cr	アルミナ分散銅
降伏応力(MPa)600°C	190	140
%IACS	84	83
電極寿命	535	859
平均溶着打点数	67	107
評価(寿命)	×	×
評価(溶着)	×	△
総合評価	×	×

【0038】

本発明材 No. 6, 9, 15, 17, 18, 20, 21, 23, 24, 29, 30, 32, 33, 36, 42, 44, 45, 47~50, 53, 56, 58,

59, 61, 62, 65~68, 70, 71, 73, 74は、導電率(% IACS)が低い(表中には示されていないが熱伝導率も低い)ためジュール発熱が高く、かつ抜熱速度が低く被溶接材と合金化しやすくなり、平均溶着打点数が500回未満となった。

【0039】

比較材No. 1はCrの固溶量が多く導電率(% IACS)が低過ぎる(表中には示されていないが熱伝導率も低過ぎる)ため、ジュール発熱が非常に高く、かつ冷却効率が悪く電極材の温度が上昇し高温での降伏応力が著しく低下した。また、結晶粒径が数十 μ mと大きいため繰り返し疲労強度が低い。これらの原因により、少ない打点回数で電極材先端径が拡大し溶接電流密度が低下するため、連続打点性は低い。耐溶着性については、導電率(% IACS)が低過ぎる(表中には示されていないが熱伝導率も低過ぎる)ため、被溶接材と合金化しやすく平均溶着打点数が少ない。

【0040】

比較材No. 2は、高温での降伏応力が低いため、連続打点性は低かった。耐溶着性については、導電率(% IACS)が低過ぎる(表中には示されていないが熱伝導率も低過ぎる)ため溶着しやすい。

以上より、高温での高降伏応力、耐熱性、高導電率(% IACS)及び結晶粒が繊維状化、かつ下部組織の亜結晶粒が微細化、更に微細粒子が析出している材料は、溶接特性に優れるということが明らかになった。

【0041】

[実施例2]

実施例1と同様にCu-0.84%Cr-0.03%Zrからなる鋳塊を得た。得られた鋳塊を1000℃で2時間溶体化処理し、600℃で2時間事前熱処理を行った。事前熱処理後、600℃での降伏応力及び導電率を測定した結果、降伏応力は173MPa、導電率は90%であった。その後、図1に示すコンテナに挿入し、温度500℃、押出比7の条件で直接押出を行った。直接押出処理後、600℃での降伏応力及び導電率を測定した結果、降伏応力は225MPa、導電率は92%であった。さらにその後、温度500℃で8時間熱処理を行

い最終処理材を得た。最終処理材の降伏応力は 2 1 1 M P a、導電率は 9 5 %、繊維状結晶粒の短軸長さ 1 0 μ m 以下、かつ下部組織の平均亜結晶粒径 1 μ m 以下、微細析出物の粒子径は 5 ~ 4 0 n m、粒子間距離は 1 0 0 n m 以下であった。

【 0 0 4 2 】

[実施例 3]

実施例 1 と同様の電極材を用い、溶接母材として、板厚 0 . 8 m m の溶融亜鉛メッキ鋼板（平均メッキ付着量： 6 0 g / m²）を使用し、単相交流定置式スポット溶接機を使用して、電極を水冷しながらスポット溶接試験を行った。溶接電流は 8 . 3 k A、通電時間は 1 0 サイクル（ 5 0 H z）、加圧力は 2 0 0 k g f とした。溶接条件は、径 5 m m のナゲットが得られる条件とし、連続溶接速度は 1 回 / 1 s とした。電極寿命、耐溶着性は、実施例 1 と同様の方法、基準で評価し、また、実施例 1 と同様な基準で総合的に評価した結果を総合評価としてそれぞれ表 6 - 1 ~ 表 6 - 5 に示した。

【 0 0 4 3 】

【表 8】 (表 6-1 ~ 表 6-3)

表 6-1. (亜鉛メッキ鋼板: その 1)

本発明材No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
合金	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
熱処理	①	①	①	①	①	①	①	①	①	②
押出条件	I	I	I	II	II	II	III	III	III	I
最終熱処理	①	②	③	①	②	③	①	②	③	①
降伏応力(MPa)600℃	213	214	236	225	233	242	213	211	233	226
%IACS	95	95	93	95	94	92	94	94	92	95
電極寿命	1996	2001	1737	2054	1908	1581	1811	1801	1537	2059
平均溶着打点数	998	1000	579	1027	954	527	905	900	512	1030
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
総合評価	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎

表 6-2. (亜鉛メッキ鋼板: その 2)

本発明材No.	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
合金	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
熱処理	②	②	②	②	②	②	②	②	③	③
押出条件	I	I	II	II	II	III	III	III	I	I
最終熱処理	②	③	①	②	③	①	②	③	①	②
降伏応力(MPa)600℃	222	229	217	231	242	229	243	251	221	231
%IACS	94	93	94	93	91	93	92	91	93	91
電極寿命	1854	1703	1830	1713	1395	1703	1585	1439	1664	1342
平均溶着打点数	927	568	915	571	349	568	528	360	555	335
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	○	○	○	△	○	○	△	○	△
総合評価	◎	◎	◎	◎	○	◎	◎	○	◎	○

表 6-3. (亜鉛メッキ鋼板: その 3)

本発明材No.	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
合金	A	A	A	A	B	B	B	B	B	B
熱処理	③	③	③	③	①	①	①	①	①	①
押出条件	I	II	II	III	I	I	I	II	II	II
最終熱処理	③	①	②	①	①	②	③	①	②	③
降伏応力(MPa)600℃	240	210	236	248	251	243	275	256	271	275
%IACS	90	93	91	92	94	93	92	93	92	91
電極寿命	1200	1611	1366	1610	2057	1833	1803	1896	1783	1617
平均溶着打点数	300	537	342	537	1028	611	601	632	594	404
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	△	○	△	○	○	○	○	○	○	△
総合評価	○	◎	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○

【0044】

【表 9】 (表 6-4 ~ 表 6-6)

表 6-4. (亜鉛メッキ鋼板: その 4)

本発明材No.	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
合金	B	B	B	B	B	B	B	B	B	B
熱処理	①	①	①	②	②	②	②	②	②	②
押出条件	Ⅲ	Ⅲ	Ⅲ	I	I	I	Ⅱ	Ⅱ	Ⅱ	Ⅲ
最終熱処理	①	②	③	①	②	③	①	②	③	①
降伏応力(MPa)600℃	248	251	261	259	257	271	251	263	265	263
%IACS	93	92	92	93	93	90	94	93	93	94
電極寿命	1857	1686	1735	1910	1901	1412	2057	1930	1939	2115
平均溶着打点数	619	562	578	637	634	353	1028	643	646	1058
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	○	○	○	○	△	○	○	○	○
総合評価	◎	◎	◎	◎	◎	○	◎	◎	◎	◎

表 6-5. (亜鉛メッキ鋼板: その 5)

本発明材No.	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
合金	B	B	B	B	B	B	B	B	B	B
熱処理	②	②	③	③	③	③	③	③	③	③
押出条件	Ⅲ	Ⅲ	I	I	I	Ⅱ	Ⅱ	Ⅱ	Ⅲ	Ⅲ
最終熱処理	②	③	①	②	③	①	②	③	①	②
降伏応力(MPa)600℃	269	275	255	263	273	245	273	272	264	268
%IACS	94	91	93	92	91	93	91	90	92	90
電極寿命	2144	1617	1891	1744	1607	1842	1607	1417	1749	1398
平均溶着打点数	1072	404	630	581	402	614	402	354	583	349
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	△	○	○	△	○	△	△	○	△
総合評価	◎	○	◎	◎	○	◎	○	○	◎	○

表 6-6. (亜鉛メッキ鋼板: その 6)

本発明材No.	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60
合金	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
熱処理	①	①	①	①	①	①	①	①	①	②
押出条件	I	I	I	Ⅱ	Ⅱ	Ⅱ	Ⅲ	Ⅲ	Ⅲ	I
最終熱処理	①	②	③	①	②	③	①	②	③	①
降伏応力(MPa)600℃	231	224	247	236	244	257	230	228	245	246
%IACS	95	93	92	94	93	92	94	92	91	94
電極寿命	2105	1701	1627	1944	1798	1675	1915	1535	1432	1993
平均溶着打点数	1053	567	542	972	599	558	958	512	358	996
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	○	○	○	○	○	○	○	△	○
総合評価	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○	◎

【0045】

【表 10】 (表 6-7 ~ 表 6-9)

表 6-7. (亜鉛メッキ鋼板: その 7)

本発明材No.	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70
合金	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
熱処理	②	②	②	②	②	②	②	②	③	③
押出条件	I	I	II	II	II	III	III	III	I	I
最終熱処理	②	③	①	②	③	①	②	③	①	②
降伏応力(MPa)600°C	240	250	229	243	251	246	252	263	239	244
%IACS	92	92	94	93	91	92	91	90	93	92
電極寿命	1593	1641	1910	1793	1461	1622	1466	1334	1773	1612
平均溶着打点数	531	547	955	598	365	541	366	333	591	537
評価(寿命)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
評価(溶着)	○	○	○	○	△	○	△	△	○	○
総合評価	◎	◎	◎	◎	○	◎	○	○	◎	◎

表 6-8. (亜鉛メッキ鋼板: その 8)

本発明材No.	71	72	73	74
合金	C	C	C	C
熱処理	③	③	③	③
押出条件	I	II	II	III
最終熱処理	③	①	②	①
降伏応力(MPa)600°C	266	232	264	259
%IACS	91	93	90	91
電極寿命	1534	1739	1338	1500
平均溶着打点数	383	580	335	375
評価(寿命)	○	○	○	○
評価(溶着)	△	○	△	△
総合評価	○	◎	○	○

表 6-9. (亜鉛メッキ鋼板: その 9)

比較材No.	1	2
材料	Cu-1Cr	アルミナ分散銅
降伏応力(MPa)600°C	190	140
%IACS	84	83
電極寿命	928	414
平均溶着打点数	309	414
評価(寿命)	×	×
評価(溶着)	△	△
総合評価	×	×

【0046】

本発明材 No. 15, 18, 20, 21, 23, 30, 36, 42, 45, 47, 48, 50, 59, 65, 67, 68, 71, 73, 74 は、導電率 (% IACS) が低い (表中には示されていないが熱伝導率も低い) ためジュール発熱

が高く、かつ抜熱速度が低く被溶接材と合金化しやすくなり、平均溶着打点数が 500 回未満となった。比較材 No. 1 と 2 は、実施例 1 のときと同様の理由で連続打点性や耐溶着性が良くなかった。

以上より、高温での高降伏応力、耐熱性、高伝導率（% IACS）および結晶粒が繊維状化、かつ下部組織の亜結晶粒が微細化、更に微細粒子が析出している材料は溶接特性に優れるということが明らかになった。

【0047】

【発明の効果】

本発明の電極材料及びその製造方法によれば、結晶粒を繊維状、かつ下部組織を微細な亜結晶粒にし、拡散速度が遅い原子を含む粒子を微細析出させることにより機械的特性、耐熱性、高温降伏応力及び電極材料としての連続打点性（電極寿命）を向上させるとともに、微細析出物を析出促進させることにより導電率を向上させ、電極材料として被溶接材料と合金化を抑制し溶着打点数（耐溶着性）を向上させることができる電極材料を提供することができる。さらに、前記優れた特性を備えた電極材料を容易に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明において用いる押出成形装置の一例を示す図である。

【図 2】

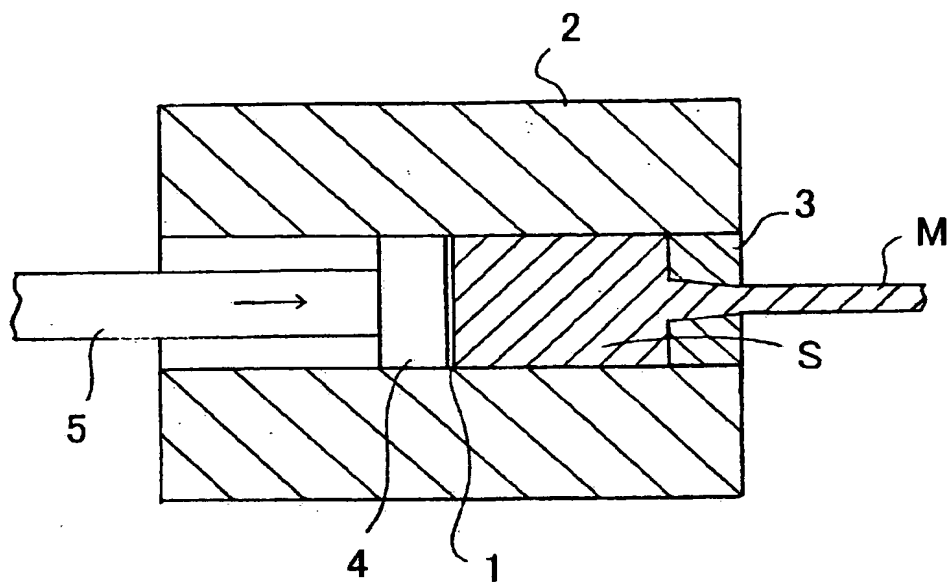
最終処理材の金属組織を示す図である（EBSP、TEMによるもの）

【符号の説明】

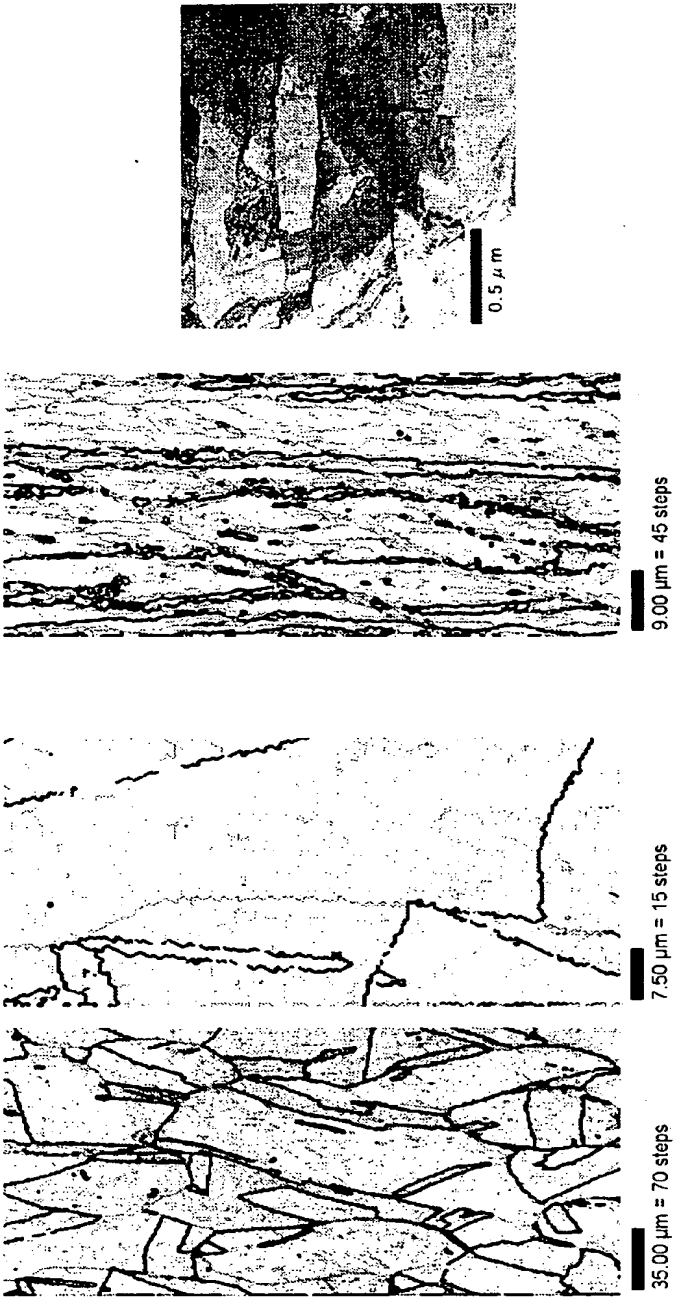
- 1 供給部
- 2 コンテナ
- 3 ダイ
- 4 ダミーブロック
- 5 ステム
- S 押出材料
- M 押出成形材

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



加工前 (右図は左図の拡大)

押出材 (右図はTEM組織)

600°C x 1h → 押出 (500°C, R7) → 500°C x 1h

※結晶粒界の線の太さは、隣接する結晶粒との方位差を表す。

Min		Max		Fraction	
	2°		5°		0.074
—	5°	15°			0.051
—	15°	30°			0.049
—	30°	60°			0.278

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 溶接用銅合金材料の機械的特性、耐熱性、高温降伏応力を高め、かつ電極材料としての連続打点性（電極寿命）を向上させること。

【解決手段】 一般式： $Cu_{bal}.X_a$ （但し、XはCr、Zr、Fe、P、Agから選ばれる少なくとも1種の元素であり、aは質量%で1.5%以下であり、残部が不可避的不純物を含むCuである）で示される合金素材を、温度300～600℃、押出比4以上で押出しを行うことにより、平均粒径が3μm以下の亜結晶粒から構成される短軸長さが10μm以下の繊維状結晶粒からなる組織中に平均粒子径50nm以下の微細粒子が析出してなる組織構造を有する合金を得る。また、前記押出の前後において合金素材を温度350～700℃で熱処理することがより好ましい。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 1 4 9 4 2 0
受付番号	5 0 3 0 0 8 7 8 0 7 2
書類名	特許願
担当官	第三担当上席 0 0 9 2
作成日	平成 1 5 年 6 月 3 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成15年 5月27日

次頁無

特願 2 0 0 3 - 1 4 9 4 2 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 6 8 2 8]

1. 変更年月日 1 9 9 4 年 8 月 1 9 日
[変更理由] 名称変更
住 所 東京都千代田区神田和泉町 1 番地
氏 名 ワイケイケ株式会社
2. 変更年月日 2 0 0 3 年 8 月 1 日
[変更理由] 名称変更
住所変更
住 所 東京都千代田区神田和泉町 1 番地
氏 名 Y K K 株式会社